第51卷 第5期 金属学报 Vol.51 No.5
2015年5月 第612-622页 ACTA METALLURGICA SINICA May 2015 pp.612-622

横向预压缩对[011]取向镍基单晶高温合金蠕变行为的影响*

苏勇[1,2] 田素贵[1] 于慧臣[3] 于莉丽[1]

1) 沈阳工业大学材料科学与工程学院, 沈阳 110870
2) 沈阳化工大学能源与动力工程学院, 沈阳 110142
3) 中航工业北京航空材料研究院航空材料检测与评价北京市重点实验室, 先进高温结构材料国防科技重点实验室，北京 100095

摘 要 通过蠕变性能测试及组织形貌观察, 研究了横向预压缩对[011]取向镍基单晶高温合金在1040 ℃, 137 MPa条件下拉伸蠕变行为的影响. 结果表明, [011]取向镍基单晶高温合金在1040 ℃, 180 MPa条件下沿[100]方向预压缩38 h后形成了总体上平行于压应力轴方向的P型γ'筏状组织. 预压缩期间不同晶面不同的应变能密度分布及晶格应变是γ'相筏形化的主要原因. 位错在基体通道中的滑移是有/无预压缩[011]取向合金在稳态蠕变阶段主要的变形机制, 其中在预压缩合金内存在较多的位错攀移运动. 横向预压缩显著提高了[011]取向合金在1040 ℃, 137 MPa条件下的蠕变抗力. 合金内的“山墙型”基体通道的消除、稳态蠕变阶段较小的γ基体宽度、筏状组织横向连接形成的微观瓶颈状γ基体通道和“迷宫式”的组织以及较多数量滑移系的开动, 均有助于通过限制位错的运动, 提高预压缩合金的蠕变抗力.

关键词 [011]取向高温合金, 预压缩, 蠕变, 微观组织, 形筏, 滑移系

中图法分类号 TG132.3 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)05-0612-11

EFFECT OF LATERAL PRE-COMPRESSION ON CREEP BEHAVIOR OF A [011] ORIENTED SINGLE CRYSTAL NICKEL-BASED SUPERALLOY

SU Yong [1,2], *TIAN Sugui* [1], *YU Huichen* [3], *YU Lili* [1]

1) School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870
2) School of Energy and Power Engineering, Shenyang University of Chemical Technology, Shenyang 110142
3) Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Key Laboratory of Aeronautical Materials Testing and Evaluation, AVIC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095

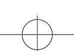
Correspondent: TIAN Sugui, professor, Tel: (024)25494089, E-mail: tiansugui2003@163.com

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.51271125) and Liaoning Educational Committee (No.L2012147)

Manuscript received 2014-09-02, in revised form 2015-02-01

ABSTRACT Single crystal nickel-based superalloys mainly consisting of γ and γ' phases are widely used in turbine blades for their excellent mechanical performances, in particular creep resistance at high temperatures. The creep properties of single crystal superalloys are inherently anisotropic. Although commercial single crystal superalloys are all along <001> orientation, it is difficult to ensure the exact orientation during production, and in service the applied centrifugal force on blades unavoidably deviates from <001> orientation, so the study on non-<001> oriented single crystal superalloys is significant on improving the creep theory of superalloys. Compared with

* 国家自然科学基金项目51271125和辽宁省教育厅项目L2012147资助
收到初稿日期: 2014-09-02, 收到修改稿日期: 2015-02-01
作者简介: 苏 勇, 男, 1979年生, 博士生
DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00484



the <001> oriented single crystal superalloys, the <011> oriented ones generally display poor creep resistance. Through pre-rafting treatment of γ′ phase in <001> oriented single crystal superalloys, the creep resistance of the alloys are expected to be enhanced by changing the deformation mechanism, especially by hindering dislocation movements, but the effect of the treatment on <011> oriented alloys is still not clear. For this reason, by means of pre-compression, creep tests and microstructure observation, the effect of the pre-rafting of γ′ phase on creep behavior of a [011] oriented single crystal nickel-based superalloy at 1040 ℃, 137 MPa is studied. Results show that after pre-compression at 1040 ℃, 180 MPa along [100] orientation for 38 h, the γ′ phase in the [011] oriented alloy has transformed into P-type rafted structure parallel to the compressive stress axis. Different strain energy density distribution and lattice strain on crystal planes during pre-compression are the main reasons for the rafting behavior of γ′ phase. Dislocations slipping in γ matrix channels is the main deformation mechanism of the [011] oriented alloy with and without pre-compression. Thereinto, many dislocations-climbing movements occur in the pre-compressed one. The lateral pre-compression remarkably improves the creep strength of the alloy at 1040 ℃, 137 MPa. The elimination of gable channels, relatively narrow roof channels during steady-state creep stage, the formation of micro-bottleneck-like channels and labyrinth-like microstructures due to the lateral growth of γ′ rafts, and the more effectively activated slip systems of dislocations are beneficial to impeding dislocation movements and responsible for the better creep resistance of the pre-compressed alloy.

KEY WORDS [011] oriented single crystal superalloy, pre-compression, creep, microstructure, rafting, slip system

镍基单晶高温合金主要由γ和γ′相组成, 其中后者是强化相[1,2]. 在高温蠕变期间, 单晶合金中的立方γ′相通常会发生沿某个取向的择优长大, 这种现象称为γ′相的定向粗化或筏形化. 蠕变期间, γ′相的典型筏形化方向为垂直或平行于应力轴方向, 分别定义为N型和P型筏形化组织, 其特点均为γ′和γ基体相交错排列[3].

众所周知, 镍基单晶高温合金固有的晶体学特征决定了其力学性能的各向异性. 虽然目前商用镍基单晶合金均为<001>取向, 但实际上, 利用镍基单晶高温合金制造的航空发动机叶片具有复杂的几何形状以及错综复杂的冷却管路, 加之服役过程中不同工况下的局部热应力、弯曲以及扭转应力使叶片受多取向应力的作用[4]. 因此, 研究单晶合金沿其它取向(如<011>和<111>)的蠕变行为对完善高温合金蠕变理论具有重要意义.

无论在高温还是中温条件下, 与<001>取向合金相比, <011>取向合金通常表现出较差的蠕变抗力[5~10]. Sass等[9]认为, 较少的滑移系数量以及较低的位错扩展和运动阻力是<011>取向合金具有较差蠕变抗力的主要原因, Link等[10]则认为, <011>取向合金蠕变抗力较差与其热处理后的微观组织以及蠕变过程中形成的筏状组织特征有关.

单晶合金的蠕变行为与其微观组织特征特别是γ′强化相的形态密切相关, 一些学者[1,11~21]研究了γ′相的预筏化对<001>取向镍基单晶高温合金蠕变行为的影响, 认为在一定条件下合金内预先形成N型或P型筏状组织对合金后续的蠕变抗力具有重要的影响. 然而, 关于γ′相的预筏化对<011>取向合金蠕变行为的影响尚未见文献报道.

因此, 本工作对[011]取向合金进行横向预压缩处理, 使其内部形成特定取向的筏状组织, 通过蠕变性能测试及组织形貌观察, 研究横向预压缩对[011]取向单晶合金蠕变性能的影响.

1 实验方法

采用籽晶法在高温度梯度真空定向凝固炉中, 将成分为Ni-9.0Cr-5.0W-5.5Al-4.5Co-1.7Ti (质量分数, %)的母合金制备成[011]取向的镍基单晶试棒, 经Laue背反射方法确定出单晶试棒偏离[011]取向4°, 在箱式电阻炉中将试棒进行热处理, 选用的热处理工艺为: 1250 ℃, 4 h, A.C.+870 ℃, 32 h, A.C..

将经过完全热处理后的单晶合金试棒沿(100)晶面切取2个承受载荷的平行受力面, 如图1a所示. 将试棒置于自制的反向拉伸装置中[22], 在1040 ℃, 180 MPa条件下对试棒进行沿[100]方向的高温预压缩处理38 h, 以保证合金中的γ′相转变成筏形结构. 为表述方便, 热处理后[011]取向合金记为合金1, 预压缩[011]取向合金记为合金2.

将合金1和2的试棒沿(100), $(01\bar{1})$和(011)晶面加工成板状拉伸蠕变样品, 试样标距为11.0 mm, 标距部分的横断面为4.5 mm×2.5 mm, 样品的宽面为(100)晶面, 蠕变样品的示意图如图1b所示.

蠕变样品经表面机械抛光后, 置入GWT504型

高温持久/蠕变试验机中, 在1040 ℃, 137 MPa条件下沿[011]取向进行拉伸蠕变性能测试, 并绘制蠕变曲线. 将蠕变前后的合金1和2, 经机械研磨和抛光后, 使用100 mL HCl+80 mL H_2O+20 g $CuSO_4$或10 g $(NH_4)_2SO_4$+10 g $C_6H_8O_7$+1200 mL H_2O的电解液对其进行腐蚀, 利用S-3400N型扫描电子显微镜(SEM)观察不同状态合金不同晶面的组织形貌, 构建γ'/γ相在空间的分布形态. 测量不同状态合金(每种状态选取3幅SEM照片)内γ'相和γ通道的尺寸并进行统计平均, 分析组织演化后两相的尺寸变化对合金蠕变行为的影响. 将蠕变至稳态阶段的试样制成直径3 mm, 厚度约50 μm的圆片, 用MTP-1A型电解双喷减薄仪在低于−20 ℃条件下制备薄区, 双喷液为10%$HClO_4$+90%C_2H_5OH (体积分数), 并利用TECNAI-20型透射电子显微镜(TEM)进行微观形貌观察, 探讨合金的变形机制.

2 实验结果与分析

2.1 合金的组织形貌

分别沿合金1的(100), (010)和(01$\bar{1}$)晶面切取正交六面体, 其中, 在(100)晶面沿与竖直方向成45°切割, 获取(010)晶面. 图2a为单晶胞各晶面的示意图, 图2b~d分别为单晶胞中(010), (100)和(01$\bar{1}$)面的组织形貌. 可以看出, 在(010)晶面, 其组织为立方γ'相以共格方式镶嵌在γ基体中, 并沿[001]和[100]方向规则排列; 在(100)晶面γ'相仍呈正方体形貌, 其特征是立方γ'相的棱角排列平行于[011]方向, 立方γ'相的侧边沿[010]和[001]方向排列; 在(01$\bar{1}$)晶面, γ'相沿[011]取向呈现长方形形貌. 综上表明, [011]取向单晶合金经完全热处理后, 其空间组织为立方γ'相以共格方式镶嵌在γ基体中, 并沿<100>取向规则排列. 图2e为合金1内γ'/γ相空间排列示意图, 其中$(001)_{\gamma'}$和$(010)_{\gamma'}$分别代表平行于(001)和(010)晶面的

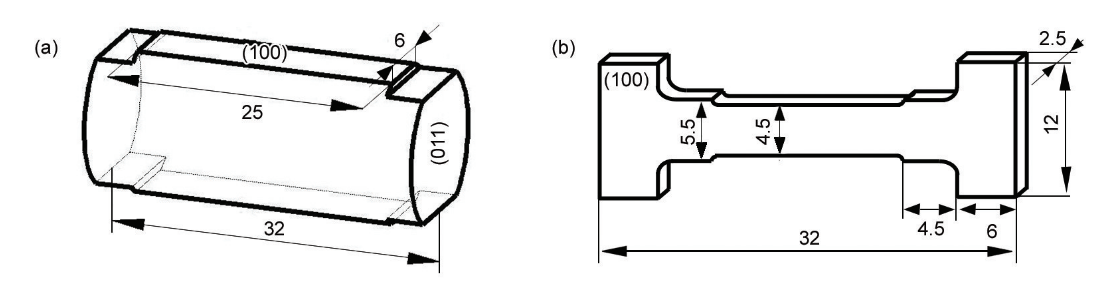


图1 预压缩和拉伸蠕变试样示意图

Fig.1 Schematics of the specimens for pre-compression (a) and tensile creep (b) (unit: mm)

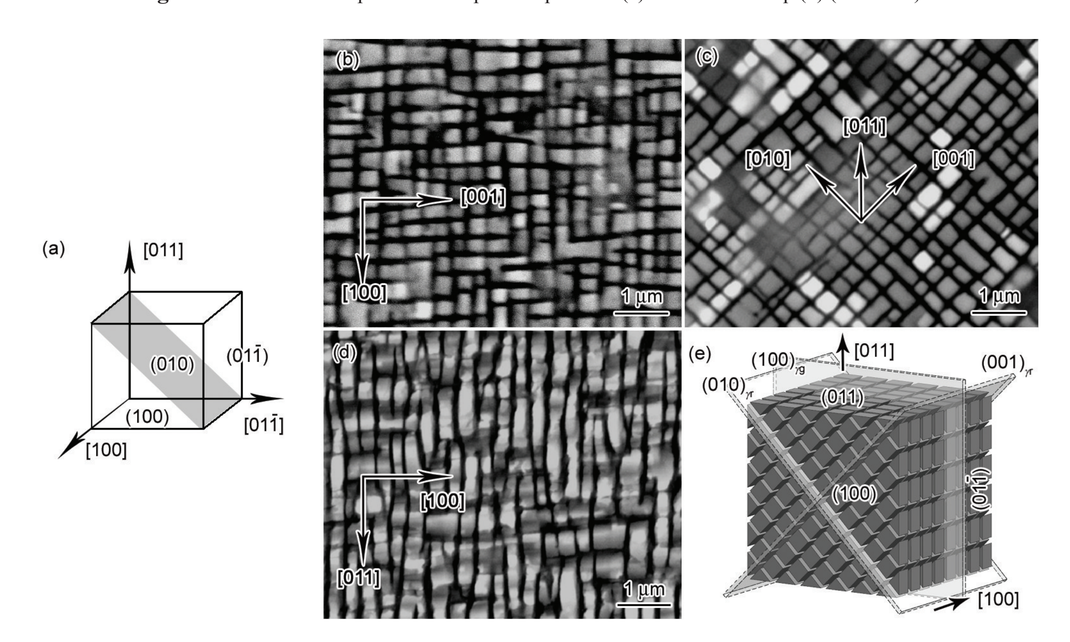


图2 完全热处理后[011]取向单晶合金(合金1)的组织形貌及空间晶面(向)关系和微观组织示意图

Fig.2 Schematic of the crystal planes in one cubic cell (a), microstructures on (010) (b), (100) (c) and (0$\bar{1}$1) (d) crystal planes, respectively, and schematic of the cuboidal γ' phase embedded coherently in γ matrix (e) for the [011] oriented single crystal superalloy after full heat treatment (alloy 1)

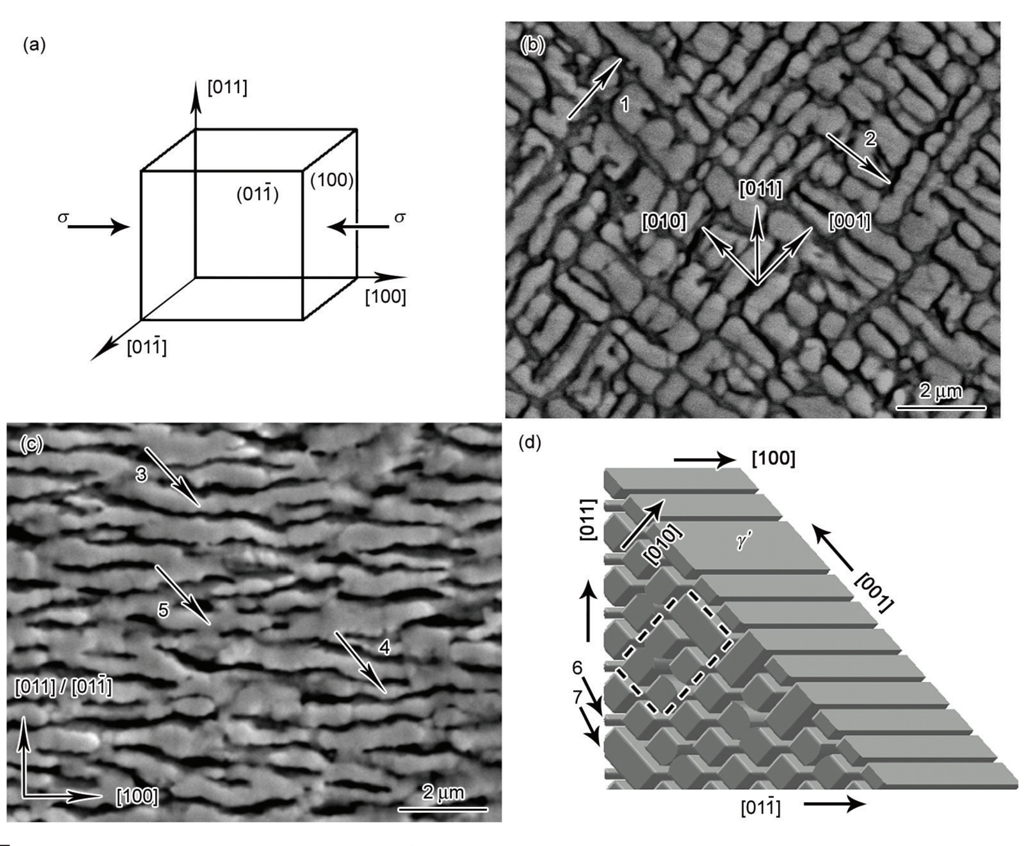


图3 [011]取向单晶合金在1040 ℃, 180 MPa条件下沿[100]方向预压缩38 h后(合金2)组织形貌及施加应力和微观组织示意图

Fig.3 Schematic of one cubic cell bearing compressive stress (a), microstructures on (100) (b), (01$\bar{1}$) /(011) (c) planes respectively, and schematic of the microstructure (d) for the [011] oriented single crystal superalloy after being pre-compressed along [100] orientation at 1040 ℃, 180 MPa for 38 h (alloy 2) (Arrows 1 and 2 represent the coalescence of γ′phase along [001] and [010] orientations, arrows 3 and 4 the micro-bottleneck-like channels, arrow 5 the lateral connection of γ′rafts, arrows 6 and 7 the inhomogeneous width of γ′phase on the same plane; The region in the dashed box shows the labyrinth-like microstructures formed in the alloy)

"屋脊型"通道, 而$(100)_{\gamma g}$为平行于(100)晶面的"山墙型"基体通道[7].

2.2 预压缩处理后合金的微观组织

图3a为合金2中单胞沿[100]方向施加压应力示意图. 图3b为合金在(100)晶面的微观组织, 其中γ′相粒子主要成类椭圆或串状分布, 排列方向与图2c中类似: 立方γ′相的"棱角"排列平行于[011]方向, 边缘与[011]取向呈45°规则排列, 但预压缩后γ′相边缘发生球化. 另外值得注意的是, 很多γ′相粒子沿[001]和[010]方向连接, 如图3b中箭头1和2所示. 合金2在(01$\bar{1}$)和(011)晶面表现出类似的形貌, 如图3c所示: γ′相总体上转变为平行于压应力轴[100]方向的波浪型筏状组织. 根据上述3个晶面的微观组织, 可构造筏状γ′相在空间的形貌, 如图3d所示, 其中箭头6和7表示切割面位置的变化可能导致同一晶面上的γ′筏宽度显示不均, 这与图3c一致. 另外, 与合金1 (图2e)相比, 合金2的"山墙型"通道$(100)_{\gamma g}$消失, 但2个"屋脊型"基体通道$(001)_{\gamma r}$和$(010)_{\gamma r}$得以保留; γ′筏之间存在微观瓶颈状基体通道, 如图3c中箭头3和4所示; 筏状γ′相之间出现了垂直于[100]方向的横向连接, 如箭头5所示, 这与γ′筏的横向生长, 并与压缩应力轴不能与[100]取向精确吻合以及合金自身的取向差有关[23], 其示意图如图3d中虚线框内区域所示. 这种"迷宫式"的微观组织, 改变了"屋脊型"通道连续畅通的结构(图2e), 增加了位错运动的障碍密度, 在合金蠕变过程中迫使位错不断改变运动方向, 同时增大攀移在位错运动中的比率, 增加位错运动阻力, 有利于提高合金的蠕变抗力[24].

2.3 预压缩对合金蠕变性能的影响

图4为合金1和2在1040 ℃, 137 MPa条件下的拉伸蠕变曲线, 表1列出了2种合金的初始应变、稳态蠕变速率和蠕变寿命. 可见, 合金2比合金1具有更小的初始应变和稳态蠕变速率, 同时蠕变寿命提

高了约123%. 预压缩明显提高了[011]取向合金的蠕变抗力.

2.4 预压缩合金蠕变至稳态阶段的组织演化特征

合金2在1040 ℃, 137 MPa条件下沿[011]取向拉伸蠕变60 h, 图5a为晶胞拉伸蠕变及各晶面示意图, 图5b为合金在(100)晶面的微观组织, 在拉伸蠕变期间, 该晶面的形貌特征与蠕变前(图3b)类似, 仍然以类椭圆和串状形貌为主, 但其尺寸比蠕变前明显增大, γ'相沿[001]和[010]方向进一步连接, 如图5b中箭头所示. 合金在 $(01\bar{1})$ 和(011)晶面仍具有类似的形貌, 如图5c所示, 表明合金中垂直于拉伸应力轴方向的筏状γ'相形态未遭破坏.

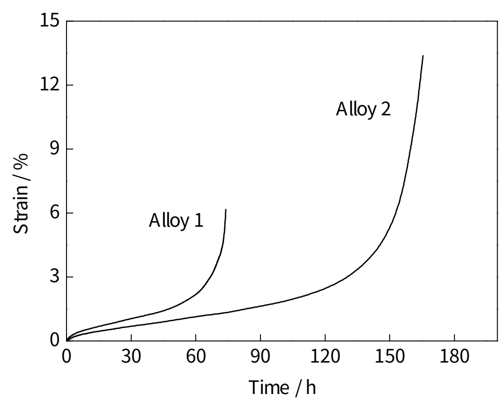


图4 合金1和2在1040 ℃, 137 MPa条件下的拉伸蠕变曲线

Fig.4 Creep curves of the alloys 1 and 2 at 1040 ℃, 137 MPa

总体来说, 合金2在沿[011]方向拉伸蠕变过程中, 内部微观组织稳定, 始终保持垂直于拉伸应力轴的一维筏状形态, 并保留合金内"迷宫式"的微观组织. 不考虑γ'/γ相尺寸变化的因素, 其空间组织的示意图仍如图3d所示.

2.5 γ'/γ相尺寸的演化

镍基单晶高温合金在蠕变过程中会发生微观组织演化, 并引起γ'/γ相尺寸的变化, 这对合金的蠕变行为将产生重要影响. 当然, 镍基单晶高温合金内枝晶间和枝晶干区域的组织并不均匀. 图6列出了不同状态[011]取向镍基单晶高温合金内枝晶间和枝晶干区域的微观组织. 图6a为[011]取向合金热处理后的枝晶形貌, 其中A点位于枝晶间区域, B点位于枝晶干区域. 图6a同时作为枝晶间和枝晶干区域的示意图, 用于标识不同状态合金中枝晶间和枝晶干的微观组织, 但实际上, 合金1经过预压缩以及拉伸蠕变后, 枝晶间和枝晶干区域之间的衬度差远不及图6a明显(图略去). 图6b~e为不同状态[011]取向合金内(100)晶面上枝晶间区域的微观组织, 图6f~i枝晶干区域的微观组织, 图6b和f为合金1的微观组织, 图6c和g为合金2的微观组织, 图6d和h为合金1在1040 ℃, 137 MPa条件下拉伸蠕变40 h后的微观组织, 图6e和i为合金2在相同条件下拉伸蠕变60 h后的微观组织. 可见, 合金在预压缩或拉伸蠕变期间, 合金内γ'/γ相尺寸发生了明显变化, 测

表1 合金1和2在1040 ℃, 137 MPa条件下的蠕变参数

Table 1 Creep parameters of the alloys 1 and 2 at 1040 ℃, 137 MPa

Alloy	Primary creep strain	Steady-state creep rate	Creep life
	%	%•h^{-1}	h
1	0.3471	0.0247	74
2	0.2057	0.0163	165

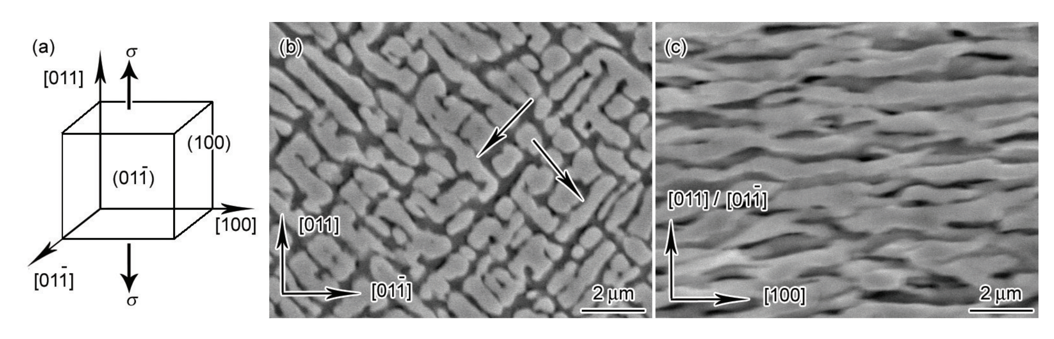


图5 合金2在1040 ℃, 137 MPa沿[011]取向拉伸蠕变60 h后不同晶面的组织形貌及施加应力示意图

Fig.5 Schematic of applied stress direction in one cubic cell (a), and microstructures on (100) (b) and $(01\bar{1})$/(011) (c) planes for alloy 2 after being crept for 60 h at 1040 ℃, 137 MPa (Arrows in Fig.5b illustrate the further connection of γ' phase along [001] and [010] orientations)

量结果列于表2.

2.6 合金蠕变期间的变形机制

图7为合金1和2在1040 ℃, 137 MPa拉伸蠕变至稳态阶段(100)晶面的微观组织, 其中双箭头表示拉伸应力轴的方向. 图7a为合金1蠕变至40 h后的微观组织. 合金1内未观察到位错剪切γ'相, 表明合

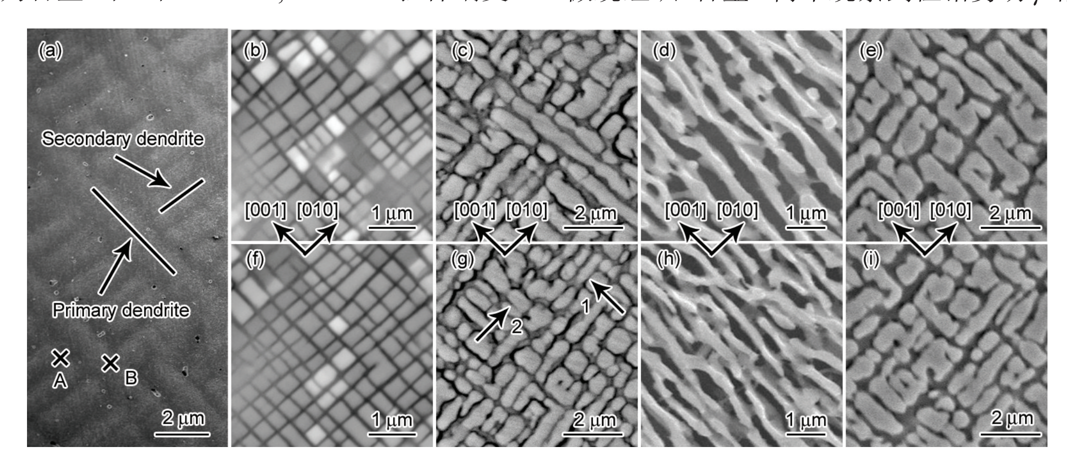


图6　不同状态[011]取向镍基单晶高温合金内枝晶间和枝晶干区域的微观组织

Fig.6 Schematic of inter-dendritic and dendritic regions in the [011] oriented alloys at different states (Points A and B represent the inter-dendritic and dendritic regions) (a), and the microstructures in inter-dendritic regions of alloy 1 (b), inter-dendritic regions of alloy 2 (c), inter-dendritic regions of alloy 1 after being crept for 40 h at 1040 ℃, 137 MPa (d), inter-dendritic regions of alloy 2 after being crept for 60 h at 1040 ℃, 137 MPa (e), dendritic regions of alloy 1 (f), dendritic regions of alloy 2 (Arrows 1 and 2 show the narrow γ channels due to lateral growth of γ' phase) (g), dendritic regions of alloy 1 after being crept for 40 h at 1040 ℃, 137 MPa (h), and dendritic regions of alloy 2 after being crept for 60 h at 1040 ℃, 137 MPa (i)

表2　图6b~i对应的γ'/γ相的尺寸

Table 2 Size of γ'/γ phases in Figs.6b~i

(nm)

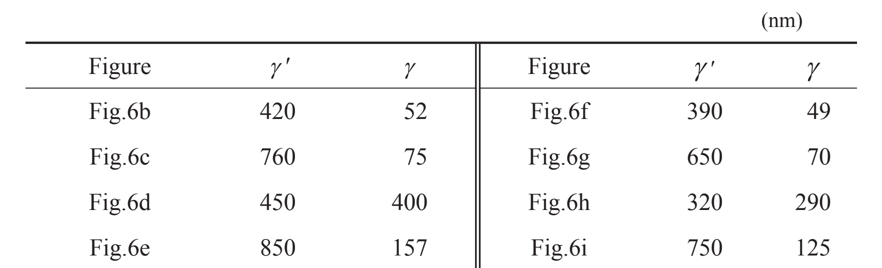


Figure	γ'	γ	Figure	γ'	γ
Fig.6b	420	52	Fig.6f	390	49
Fig.6c	760	75	Fig.6g	650	70
Fig.6d	450	400	Fig.6h	320	290
Fig.6e	850	157	Fig.6i	750	125

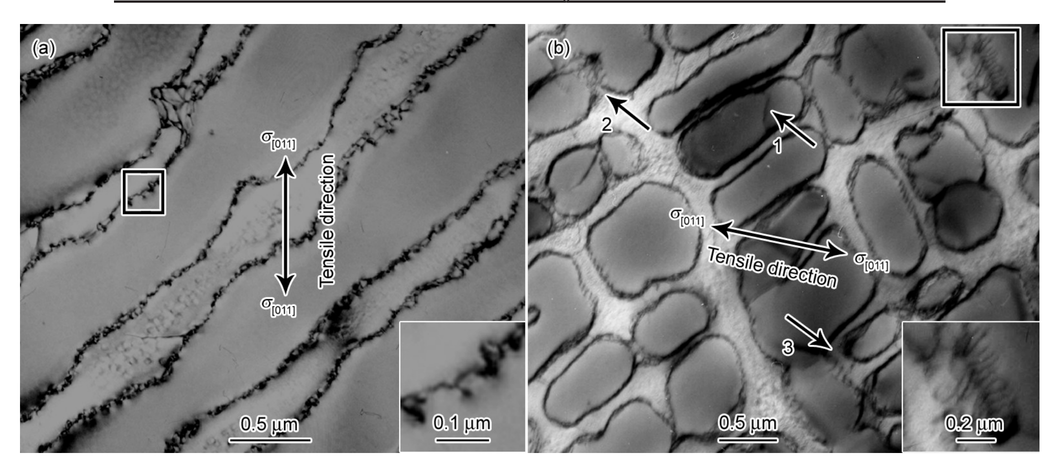


图7　合金1和2在1040 ℃, 137 MPa条件下拉伸蠕变至稳态阶段的组织形貌

Fig.7 Microstructures of the alloys 1 (a) and 2 (b) when being crept to steady stage at 1040 ℃, 137 MPa (Insets show dislocation climb, arrow 1 shows the cutting of γ' phase by dislocations, and arrows 2 and 3 show dislocation bowing out and climb)

金1在稳态阶段的应变来源于位错在基体内的运动. 图7a中插图为方框所选区域的放大图, 表明合金1的γ′/γ相界面上存在位错攀移行为, 但在整个视野中不明显. 图7b为预压缩合金蠕变至60 h后的微观组织. 可以看出, 合金2内γ′相在(100)晶面保持了类椭圆和串状的形貌, 同时有少量位错切入γ′相, 如图中箭头1所示, 这可能与预压缩合金内"迷宫式"的结构引起位错塞积并进一步导致的应力集中有关. 图7b中插图为方框所选区域的放大图, 表明两γ′相间存在位错的弓出和攀移, 类似的运动形式在其它γ′相之间也存在, 如箭头2和3所示.

综上, 合金1和2在1040 ℃, 137 MPa拉伸蠕变至稳态阶段的变形机制均包含了位错的滑移, 其中合金2中存在较多的位错弓出和攀移. 少量位错切入筏状组织不是合金1和2在稳态蠕变阶段主要的变形机制, 这与文献[16]和[25]的结果一致, 因此本工作仅考虑位错在基体中的运动.

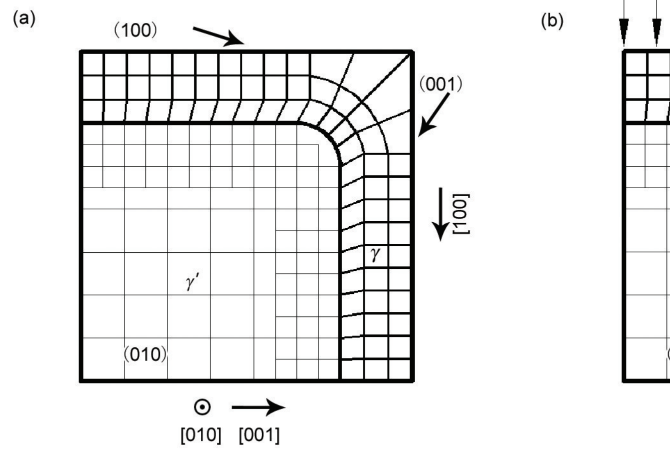
3 分析与讨论

3.1 预压缩处理期间合金内元素的定向扩散

在1040 ℃, 180 MPa条件下预压缩处理期间, [011]取向镍基单晶高温合金内γ′相发生了筏形化转变(图3), 这是由于合金内的元素发生了定向扩散. 经完全热处理后, 合金中立方γ′相以共格方式嵌镶在γ基体中(两相空间关系见图2e). 合金具有负的错配度δ[26], 即 $\alpha_\gamma > \alpha_{\gamma'}$ (α为晶格常数), 因此无外加应力时γ基体承受共格压应力, 而立方γ′相承受拉应力, 其示意图如图8a所示.

当沿[100]方向施加压应力时, [011]取向合金内的"屋脊型"基体通道$(001)_{\gamma}$和$(010)_{\gamma}$为竖直通道, 而"山墙型"基体通道$(100)_{\gamma g}$为水平通道, 如图2e所示. 在自由状态下(无外加应力), γ基体中的弹性应变能密度沿水平通道和竖直通道对称分布[27], 另外, 由于γ基体通道的弹性模量和强度比γ′相小, 因此其应变能密度比γ′相大[28]. 施加外应力后, 两相的弹性应变能密度分布发生改变, 必然导致合金中两相溶质元素的局部平衡浓度发生变化, 结果引起γ′相的定向粗化. 在本研究中, 外加压应力导致水平通道沿平行于(100)晶面方向受拉, 很大程度上抵消错配压应力, 而竖直通道受到的沿[100]方向的外加压应力和错配压应力叠加, 使竖直通道的弹性应变能密度高于水平通道, 位错优先在竖直通道中启动和分布, 由于γ基体中的Cr和Co等元素具有更高的迁移率, 它们首先进入这些位错以降低弹性应变能, 释放的能量是γ′相形成元素(Al和Ti等)扩散的驱动力. 因此, 在施加压应力期间, γ基体中部分Cr和Co元素沿位错扩散, 直到充满整个位错区, 同时由于元素扩散破坏了原来的化学平衡, 依据两相的平衡分配原理, 通过一个反向的γ′相形成元素(Al和Ti等)的扩散流来完成, 并导致γ′相沿平行于压应力轴方向定向粗化.

从另一个角度来看, 合金在预压缩期间元素的定向扩散与立方γ′相不同晶面的晶格应变以及元素的化学势变化有关. 合金在不受力时, 由于晶格错配导致的γ′/γ界面错配应力在各晶面的分布规律是一致的, 反映到应变上, 错配应力导致的γ′和γ相在其界面附近的应变沿各晶向具有相同的分布规律,



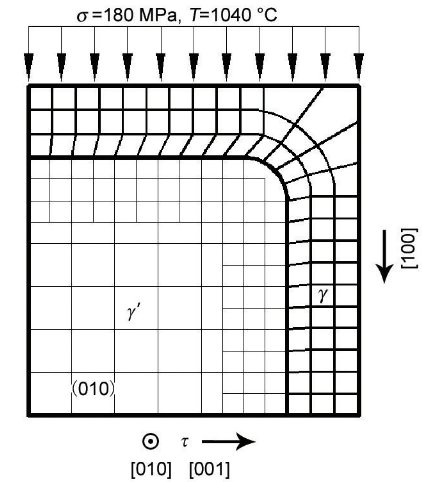


图8 不同条件下, 立方γ′/γ相共格界面示意图

Fig.8 Schematics of the coherent γ′/γ interface when stress free (a) and being applied pre-compressive stress along the [100] orientation on (100) plane (b) (One quarter of the precipitate and surrounding matrix is given due to symmetry)

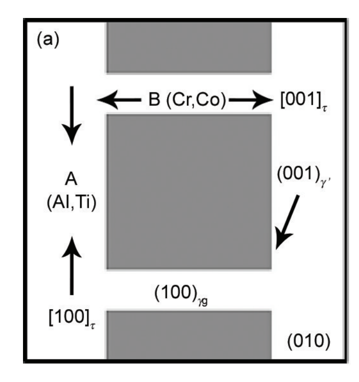
如图8a所示. 当沿[100]方向施加压应力时, 立方 γ' 相沿不同晶向的边界将发生不同类型的晶格应变, 如图8b所示(由于结构和载荷对称性, 仅给出1/4 γ' 相及其相邻的 γ 基体通道), 这将进一步地影响 γ' 相在不同晶面的应力分布以及元素的化学势变化.

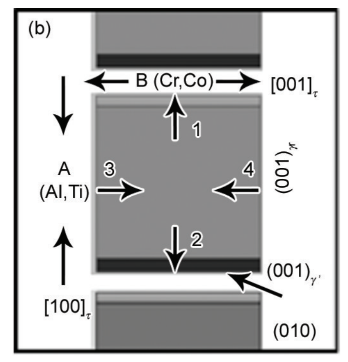
值得注意的是, 在高温条件下施加压应力期间, 位错以在基体中的运动为主, 而 γ' 相由于没有位错切入仅发生弹性应变, 尽管由于管道效应合金内 γ 基体中的位错滑移可加速元素的扩散, 但基体通道的塑性变形对立方 γ' 相弹性应变的影响可忽略[29]. 图9为[011]取向合金沿[100]方向施加压应力期间由元素扩散导致的 γ' 相定向生长及 γ'/γ 界面迁移示意图. 如果定义 γ' 相粒子平行于(001), (010)和(100)晶面的边界分别为 $(001)_{\gamma'}$, $(010)_{\gamma'}$ 和 $(100)_{\gamma'}$, 那么当沿[100]方向施加压应力时, $(001)_{\gamma'}$ 沿[100]方向将会产生压缩应变, 使具有较大原子半径的Al和Ti原子被挤出进入附近的 γ 基体通道 $(001)_{\gamma r}$, 从而使此处的Al和Ti出现过饱和并提高其在此位置的化学势, 如图9a中的区域A所示. 同理, $(010)_{\gamma'}$ 中的Al和Ti等元素也会被挤出进入附近的基体通道 $(010)_{\gamma r}$(图略去), 并造成此位置Al和Ti元素化学势的升高.

根据广义Hooke定律, 对承受单轴压缩的 γ' 相粒子来说, 其沿着(010)和(001)晶面的压缩应变必然会导致其 $(100)_{\gamma'}$ 产生扩张应变, 这将使该晶面沿[010]和[001]方向上的原子产生间隙并使系统的应变能升高, 系统处于亚稳定状态. 当被"挤出"的具有较大原子半径的 γ' 相形成元素从竖直通道 $(001)_{\gamma r}$ 和 $(010)_{\gamma r}$ 扩散到 $(100)_{\gamma g}$ 并进入 γ' 相的间隙时, $(100)_{\gamma'}$ 附近的 γ 基体相将原位转变为 γ' 相, 同时使系统的应变能降低, 因此这是一个伴随着系统能量降低的自发过程, 此原子定向扩散的过程将使 γ' 相的形成元素不断地从 $(001)_{\gamma'}$ 和 $(010)_{\gamma'}$ 晶面挤出通过基体通道进入 $(100)_{\gamma'}$, 因此 γ' 相将在(100)晶面上沿着[100]方向不断长大, γ'/γ 界面也将沿此方向迁移, 如图9b中铅垂方向的箭头所示, 直至相邻的2个 γ' 相粒子相互连接以形成平行于应力轴的P型筏状组织, 如图9c所示. 在此期间, γ 相的相变将会使其形成元素Cr和Co等脱溶并富集于图9a中的区域B, 从而使其在此处过饱和并使化学势升高, 进而在 $(001)_{\gamma r}$ 和 $(100)_{\gamma g}$ 之间形成Cr和Co的化学势梯度, 并促使其扩散至基体通道 $(001)_{\gamma r}$, 从而造成此"屋脊型"基体通道的宽化和 γ' 相沿[001]方向尺寸的缩小, 如图9b中水平箭头所示. 同理, 另一"屋脊型"基体通道 $(010)_{\gamma r}$ 也将发生类似的宽化以及 γ' 相沿[010]方向尺寸的缩小(图略去). 以上分析表明, [011]取向合金在沿着[100]方向进行预压缩时, γ' 相不同晶面上的晶格应变以及由此造成的元素化学势的变化是促进元素定向扩散的驱动力.

3.2 合金的微观组织对蠕变行为的影响

相对于合金1的微观组织(图2, 图6b和表2), 合金2的组织(图3, 图6c和表2)发生了明显的变化, 这将影响合金的初始蠕变行为. 首先, $(100)_{\gamma g}$ 基体通道消失, 因此位错在其中的运动消失, 有利于降低合金的初始蠕变速率; 其次, $(001)_{\gamma r}$ 和 $(010)_{\gamma r}$ 基体通道仍存在, 但其经常被沿[010]和[001]方向横向生长的 γ' 相所影响, 导致基体通道变窄甚至完全堵塞, 如图3b中的箭头1和2以及图3e中的虚线框所示. 这种"迷宫式"的组织迫使位错在运动过程中不断改变方向, 提高其运动阻力, 从而降低合金的蠕变速率[24]; 再次, 虽然合金2的 γ 基体通道尺寸(枝晶





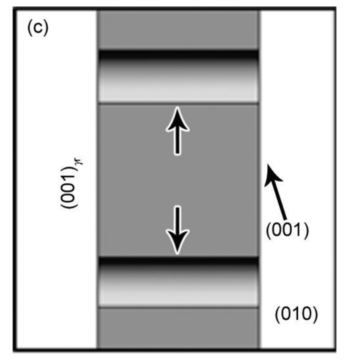


图9 [011]取向合金沿[100]方向施加压应力期间由元素扩散导致的 γ' 相定向生长及 γ'/γ 界面迁移示意图

Fig.9 Schematics of the directions of the stress components and the distribution of the elements in different regions (a), directional growth of γ' phase (b), and the coalescence of γ' precipitates and formation of the rafted structure along [100] orientation (c) of the [011] oriented alloy during compression along [100] orientation (Region A is Al and Ti supersaturation, region B is Cr and Co supersaturation, arrows 1 and 2 show the growth direction of γ' phase, and arrows 3 and 4 mean the contraction of γ' phase)

间和枝晶干区域分别约为75和70 nm)大于合金1的γ基体通道尺寸(相应区域的宽度分别约为52和49 nm), 但值得注意是: 合金2的γ′筏的宽度(枝晶间和枝晶干区域分别约为760和650 nm)远大于合金1内γ′粒子的宽度(相应区域的宽度分别约为430和390 nm), 这将增加位错攀移阻力; 另外, 合金2内的γ基体通道尺寸虽然比合金1宽, 但其并不均匀, γ′筏的横向生长形成微观的“瓶颈”, 如图6g中的箭头1和2所示, 对位错的运动也会起到一定的限制作用.

基于以上原因, 合金2的微观组织更有利于限制位错的运动, 因此在蠕变初期, 与合金1相比, 合金2表现出更小的初始应变和蠕变速率(图4和表1).

相对于合金1, 合金2在蠕变中期应变速率较低, 且蠕变寿命较长. 图10为根据文献[26]构建的合金1在1040 ℃, 137 MPa条件下蠕变40 h后的微观组织示意图. 相对于合金2在相同条件下蠕变至60 h的微观组织(图3d), 二者具有明显不同的特征. 合金2蠕变至稳态阶段后, $(001)_{\gamma}$和$(010)_{\gamma}$基体通道的宽度(枝晶间和枝晶干区域分别约为157和125 nm)比合金1中$(010)_{\gamma}$ (不考虑$(100)_{\gamma g}$, 原因见下文; $(001)_{\gamma}$消失)宽度(相应区域的宽度分别约为400和290 nm)的1/2还要小, 并且其γ′筏的宽度(枝晶间和枝晶干区域分别约为850和750 nm)明显大于合金1内γ′筏宽(相应区域的宽度分别约为450和320 nm); 预压缩[011]取向合金蠕变至稳态阶段后微观组织较稳定, 保留了“迷宫式”的基体通道(图3d和5b).

考虑合金1和2在稳态蠕变阶段共有的基体通道$(010)_{\gamma}$, 不失一般性, 本工作以在其中运动的滑移系 (111)[$\bar{1}$01] 为例来说明以上组织变化对合金蠕变行为的影响, 如图11所示.

根据前文所述, 合金1和2蠕变至稳态阶段主要的变形机制为位错在基体通道中的滑移, 另外, 在合金2中较多地存在位错弓出和攀移. 图11a为(111)[$\bar{1}$01] 滑移系的位错在$(010)_{\gamma}$通道中运动的示意图, 其中筏1和1′代表了未对$(010)_{\gamma}$的畅通性造成影响的普通γ′筏形态, 筏2和2′表示由于γ′筏沿[010]方向的横向生长在$(010)_{\gamma}$通道内形成了微观瓶颈, 而筏3和3′完全沿[010]方向横向连接, 堵塞了$(010)_{\gamma}$通

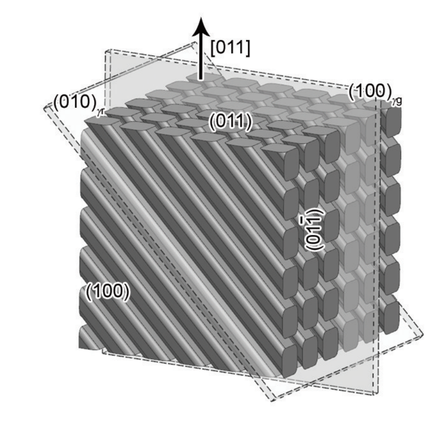


图10 [011]取向镍基单晶高温合金(合金1)在1040 ℃, 137 MPa条件下蠕变40 h后的微观组织示意图

Fig.10 Schematic of the microstructures in the [011] oriented single crystal superalloy (alloy 1) after being crept for 40 h at 1040 ℃, 137 MPa

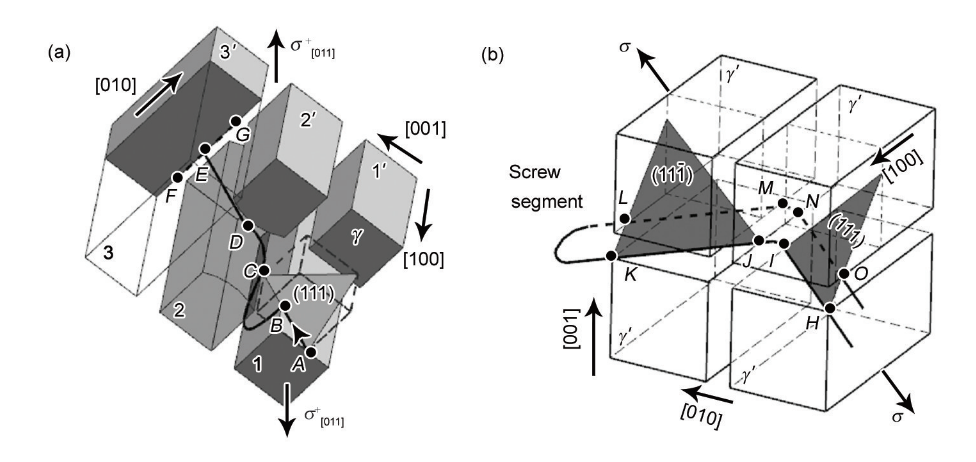


图11 预压缩[011]取向合金蠕变至稳态阶段的位错运动示意图

Fig.11 Schematics of the dislocation slip, bowing out and climb (*AB* and *DE* represent dislocation slip, *BC* dislocation bowing out, *CD* dislocation climb, and *EF*, *EG* show the hindering effect of γ′ rafts on dislocation motions; The channel between the rafts 1 and 1′ is open, the one between 2 and 2′ is micro-bottleneck-like, and the one between 3 and 3′ disappears to force dislocations moving here to change their moving directions) (a), and cross-slip (The segments *HIJKLMNO* represent dislocation cross-slip and double cross-slip) (b) in the pre-compressed [011] oriented superalloy after being crept to steady-state stage

道, 这也是形成"迷宫式"微观组织的要素. 图11a中的*AB*, *BC*和*CD*分别代表了位错在基体中滑移、弓出和攀移. 当位错完成攀移(*CD*)后, 可继续在基体通道中滑移(*DE*), 当在$(010)_{\gamma}$通道中遇到筏3(3′)时, 由于其阻碍作用位错可在此处塞积, 新运动至此的位错将与塞积位错发生反应并改变运动方向, 如线段*EF*和*EG*所示.

在位错弓出过程中, 克服位错运动的Orowan阻力τ_{or}可表达为[30]:

$$\tau_{or} = \frac{\mu b}{L} \tag{1}$$

式中, μ为剪切模量, b为Burgers矢量模, L为沿<110>方向位错在两γ'相之间的距离. 相对于在1040 ℃, 137 MPa条件下蠕变至稳态阶段的合金1, 合金2在相同条件下蠕变至稳态阶段后, 较窄的基体通道(包括保留的微观瓶颈)将减缓位错的弓出[21]. 另外, 合金2中较大的γ'筏宽度使位错攀移变得困难, 也有利于降低合金稳态蠕变速率, 提高合金蠕变抗力. 从这个意义上说, 合金2"迷宫式"的结构迫使其中的位错发生攀移, 而合金1中畅通的"屋脊型"通道$(010)_{\gamma}$以及开放的"山墙型"通道$(100)_{\gamma g}$使位错在滑移过程中遇到的障碍较少, 因此攀移运动较少, 图7a中的攀移运动可能来源于γ'相的错排或其不规则的形状.

除位错的滑移和攀移外, 考虑到合金的晶向差, 位错在基体通道中还可能发生交滑移和双交滑移, 其示意图如图11b所示. 其中, 螺位错可从(111)面交滑移至$(1\bar{1}1)$面, 并双交滑移回至(111)面. 曲线*HIJKLMNO*表示了这一过程. 相对于未预压缩合金, 处于稳态阶段的预压缩合金较窄的基体通道将限制位错的交滑移运动并降低合金的稳态蠕变速率.

3.3 滑移系的开动对合金蠕变行为的影响

在[011]取向合金沿[011]取向拉伸蠕变期间, 有4个具有相同Schmid因子(0.408)的等价滑移系可以开动, 如表3所示(考虑到高温蠕变条件, 仅考虑八面体滑移系[31~34]), 并且由于竖直的"山墙型"通道(平行于拉伸应力轴)所受的错配压应力与外加拉伸应力发生很大程度的抵消, 其内部较低的有效应力难以支持位错的运动, 因此[011]取向合金在蠕变期间的位错运动主要集中在"屋脊型"基体通道[7]. 其中, 滑移系$(111)[1\bar{1}0]$和$(\bar{1}11)[110]$中的位错主要在$(001)_{\gamma}$中开动, 而滑移系$(111)[\bar{1}01]$和$(\bar{1}11)[101]$中的位错主要在$(010)_{\gamma}$中开动. [011]取向合金内较少开动的滑移系及其导致的较弱的应变硬化是其具有较差蠕变抗力的重要原因[35].

表 3　[011]取向合金蠕变期间{111}<110>滑移系的Schmid因子

Table 3 Schmid factors of {111}<110> glide systems for [011] oriented creep

Glide system	Slip plane	Burgers vector	Schmid factor
1	(111)	$[1\bar{1}0]$	0.408
2	(111)	$[\bar{1}01]$	0.408
3	$(\bar{1}11)$	[101]	0.408
4	$(\bar{1}11)$	[110]	0.408

合金1在1040 ℃, 137 MPa条件蠕变至稳态阶段后$(001)_{\gamma}$消失(图10), 因此滑移系$(111)[1\bar{1}0]$和$(\bar{1}11)[110]$中的位错运动受到限制, 合金的应变主要来源于$(010)_{\gamma}$内$(111)[\bar{1}01]$和$(\bar{1}11)[101]$ 2个等价滑移系中位错的运动. 与此不同, 预压缩[011]取向合金在相同条件下蠕变至稳态阶段后, 微观组织中保留了$(001)_{\gamma}$和$(010)_{\gamma}$, 因此有效开动的等价滑移系有4个, 比合金1内更多的滑移系数量及其导致的快速的应变硬化也是合金2具有较低稳态蠕变速率的重要原因(图4)[36].

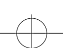
4 结论

(1) [011]取向镍基单晶高温合金在1040 ℃, 180 MPa条件下沿[100]方向预压缩38 h后形成了总体上平行于压应力轴的P型筏状组织, 其中γ'筏的横向连接形成微观瓶颈状的基体通道以及"迷宫式"的微观组织.

(2) 预压缩期间平行/垂直于压应力轴方向的基体通道具有较大/较小的应变能密度是γ'相形成P型筏状组织的驱动力, 其间γ'相平行/垂直于压应力轴方向的边界将产生晶格的压缩/扩张应变, 可挤出/捕获具有较大原子半径的γ'相形成元素Al和Ti等, 从而使其发生定向扩散并使γ'相沿垂直于晶格扩张晶面的法线方向形筏.

(3) 位错在基体通道中的滑移是有/无预压缩[011]取向合金在稳态蠕变阶段主要的变形机制, 其中在预压缩合金内存在较多的位错攀移运动.

(4) 横向预压缩导致的筏状γ'相之间存在瓶颈状及较窄的γ基体通道、"迷宫式"的组织, 比未预压缩合金较多的滑移系开动是预压缩提高[011]取向合金在1040 ℃, 137 MPa条件下蠕变抗力的主要原因.



参考文献

[1] Nathal M V, Mackay R A, Miner R V. *Metall Mater Trans*, 1989; 20A: 133

[2] Shui L, Jin T, Tian S G, Hu Z Q. *Mater Sci Eng*, 2007; A454-455: 461

[3] Ichitsubo T, Koumoto D, Hirao M, Tanaka K, Osawa M, Yokokawa T, Harada H. *Acta Mater*, 2003; 51: 4033

[4] Han G M, Yu J J, Hu Z Q, Sun X F. *Mater Charact*, 2013; 86: 17

[5] Shui L, Zheng P. *Rare Met Mater Eng*, 2011; 40: 1522

[6] Chatterjee D, Hazari N, Das N, Mitra R. *Mater Sci Eng*, 2010; A528: 604

[7] Feller-Kniepmeier M, Kuttner T. *Acta Mater*, 1994; 42: 3167

[8] Sass V, Feller-Kniepmeier M. *Mater Sci Eng*, 1998; A245: 19

[9] Sass V, Glatzel U, Feller-Kniepmeier M. *Acta Mater*, 1996; 44: 1967

[10] Link T, Epishin A, Klaus M, Brückner U, Reznicek A. *Mater Sci Eng*, 2005; A405: 254

[11] Pearson D D, Lemkey F D, Kear B H. In: Tien J K, Wlodek S T, Morrow H, Gell M, Mauer G E eds., *Superalloys 1980*, Metals Park, OH: ASM, 1980: 513

[12] Drew G L, Reed C, Kakehi K. In: Green K A, Pollock T M, Harada H, Howson T E, Reed R C, Schirra J J, Walton S eds., *Superalloys 2004*, Warrendale, PA: TMS, 2004: 127

[13] Mughrabi H. In: Arsenault R J, Cole D, Gross T, Kostorz G, Liaw P K, Parameswaran S P, Sizek H eds., *The Johannes Weertman Symposium*, Warrendale, PA: TMS, 1996: 267

[14] Christ H J, Wamukwamba C K, Mughrabi H. *Mater Sci Eng*, 1997; A234-236: 382

[15] Tetzlaff U, Mughrabi H. In: Pollock T M, Kissinger R D, Bowman R R eds., *Superalloys 2000*, Warrendale, PA: TMS, 2000: 273

[16] Mughrabi H, Tetzlaff U. *Adv Eng Mater*, 2000; 6: 319

[17] Shui L, Jin T, Tian S G, Hu Z Q. *Acta Metall Sin*, 2007; 43: 47
(水 丽, 金 涛, 田素贵, 胡壮麒. 金属学报, 2007; 43: 47)

[18] Shui L, Tian S G, Jin T. *Mater Sci Eng*, 2006; A418: 229

[19] Liu J L, Jin T, Sun X F, Zhang J H, Guan H R, Hu Z Q. *Acta Metall Sin*, 2006; 42: 843
(刘金来, 金 涛, 孙晓峰, 张静华, 管恒荣, 胡壮麒. 金属学报, 2006; 42: 843)

[20] Yu X F, Tian S G, Du H Q, Yu H C, Wang M G, Shang L G, Cui S S. *Mater Sci Eng*, 2009; A506: 80

[21] Giraud R, Cormier J, Hervier Z, Bertheau D, Harris K, Wahl J, Milhet X, Mendez J, Organista A. In: Eric S H, Roger C R, Mark C H, Michael J M, Rick E M, Pedro D P, Jack T eds., *Superalloys 2012*, Warrendale, PA: TMS, 2012: 265

[22] Tian S G, Su Y, Tian N, Shu D L, Shang L J, Xiao L. *Chin Pat, 201320682373.2*, 2014
(田素贵, 苏 勇, 田 宁, 舒德龙, 尚丽娟, 肖 丽. 中国专利, 201320682373.2, 2014)

[23] Peng Z F, Ren Y Y, Fan B Z,Yan P, Zhao J C, Wang Y Q, Sun J H. *Acta Metall Sin*, 1999; 35: 9
(彭志方, 任遥遥, 樊宝珍, 燕 平, 赵京晨, 王延庆, 孙家华. 金属学报, 1999; 35: 9)

[24] Jouiad M, Ghighi J, Cormier J, Ostoja-Kuczynski E, Lubineau G, Mendez J. *Mater Sci Forum*, 2012; 706-709: 2400

[25] Reed R C, Cox D C, Rae C M F. *Mater Sci Eng*, 2007; A448: 88

[26] Tian S G, Zhang S, Li C X, Yu H C, Su Y, Yu X F, Yu L L. *Metall Mater Trans*, 2012: 43A: 3880

[27] Yuan C, Guo J T, Yang H C, Wang S H. *Scr Mater*, 1998; 39: 991

[28] Wu W P, Guo Y F. *J Beijing Jiaotong Univ*, 2008; 32: 67
(吴文平, 郭雅芳. 北京交通大学学报, 2008; 32: 67)

[29] Tian S G, Chen C R, Yang H C, Hu Z Q. *Acta Metall Sin*, 2000; 36: 465
(田素贵, 陈昌荣, 杨洪才, 胡壮麒. 金属学报, 2000; 36: 465)

[30] Orowan E. *Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys*. London: Institute of Metals, 1948: 451

[31] Ghighi J, Cormier J, Ostoja-Kuczynski E, Mendez J, Cailletaud G, Azzouz F. *Tech Mech*, 2012; 32: 205

[32] Sass V, Glatzel U, Feller-Kniepmeier M. In: Kissinger R D, Deye D J, Anton D L, Cetel A D, Nathal M V, Pollock T M, Woodford D A eds., *Superalloys 1996*, Warrendale, PA: TMS, 1996: 283

[33] Han G M, Yu J J, Sun Y L, Sun X F, Hu Z Q. *Mater Sci Eng*, 2010; A527: 5383

[34] Le Graverend J B, Cormier J, Jouiad M, Gallerneau F, Paulmier P, Hamon F. *Mater Sci Eng*, 2010; A527: 5295

[35] Malzer G, Hayes R W, Mack T, Eggeler G. *Metall Mater Trans*, 2007; 38A: 314

[36] Caron P, Ohta Y, Nakagawa Y G, Khan T. In: Reichman S, Duhl D N, Maurer G, Antolovich S, Lund C eds., *Superalloys 1988*, Warrendale, PA: TMS, 1998: 215

(责任编辑:肖素红)

